

10/501524  
PCT/FR 03/00127  
Rec'd PCTO 16 JUL 2004

REC'D 07 APR 2003

WIPO

PCT

# BREVET D'INVENTION

**CERTIFICAT D'UTILITÉ - CERTIFICAT D'ADDITION**

## COPIE OFFICIELLE

Le Directeur général de l'Institut national de la propriété industrielle certifie que le document ci-annexé est la copie certifiée conforme d'une demande de titre de propriété industrielle déposée à l'Institut.

Fait à Paris, le 21 JAN. 2003**DOCUMENT DE PRIORITÉ****PRÉSENTÉ OU TRANSMIS  
CONFORMÉMENT À LA  
RÈGLE 17.1.a) OU b)**

Pour le Directeur général de l'Institut  
national de la propriété industrielle  
Le Chef du Département des brevets

Martine PLANCHE

INSTITUT  
NATIONAL DE  
LA PROPRIÉTÉ  
INDUSTRIELLE

SIEGE  
26 bis, rue de Saint Petersburg  
75800 PARIS cedex 08  
Téléphone : 33 (1) 53 04 53 04  
Télécopie : 33 (1) 42 93 59 30  
www.inpi.fr



26 bis, rue de Saint Pétersbourg  
75800 Paris Cedex 08

Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 94 86 54

# BREVET D'INVENTION CERTIFICAT D'UTILITÉ

Code de la propriété intellectuelle - Livre VI



N° 11354\*01

REQUÊTE EN DÉLIVRANCE 1/2

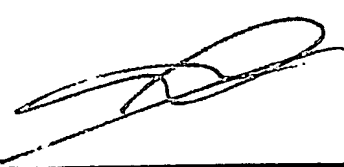
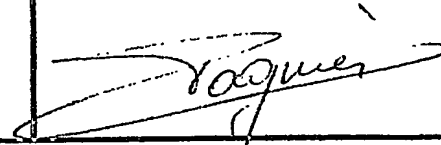
Important

Remplir impérativement la 2ème page.

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

08 540 W / 190600

|   |                      |  |                       |
|---|----------------------|--|-----------------------|
| <b>REMISE DES PIÈCES</b><br>DATE <b>16 JAN 2002</b><br>LIEU <b>75 INPI PARIS</b><br>N° D'ENREGISTREMENT <b>0200466</b><br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI<br>DATE DE DÉPÔT ATTRIBUÉE PAR L'INPI <b>16 JAN. 2002</b>    |                      | <b>1 NOM ET ADRESSE DU DEMANDEUR OU DU MANDATAIRE À QUI LA CORRESPONDANCE DOIT ÊTRE ADRESSÉE</b><br>INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE<br>1 & 4 avenue de Bois Préau<br>92852 Rueil-Malmaison cedex  |                       |
| <b>Vos références pour ce dossier (facultatif) JC/CLN</b>   |                      |  |                       |
| <b>Confirmation d'un dépôt par télécopie</b> <input type="checkbox"/> N° attribué par l'INPI à la télécopie   |                      |  |                       |
| <b>2 NATURE DE LA DEMANDE</b>   |                      | <b>Cochez l'une des 4 cases suivantes</b>  |                       |
| Demande de brevet   |                      | <input checked="" type="checkbox"/>  |                       |
| Demande de certificat d'utilité   |                      | <input type="checkbox"/>   |                       |
| Demande divisionnaire   |                      | <input type="checkbox"/>   |                       |
| Demande de brevet initiale  |                      | N°   | Date                  |
| ou demande de certificat d'utilité initiale   |                      | N°   | Date                  |
| Transformation d'une demande de brevet européen   |                      | <input type="checkbox"/>   | Date                  |
| Demande de brevet initiale  |                      | N°   | Date                  |
| <b>3 TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)</b><br>METHODE DE DETECTION ET DE SUIVI PAR RESONANCE MAGNETIQUE NUCLEAIRE DE LA CINETIQUE DE FLOCCULATION DES FRACTIONS LOURDES D'UN FLUIDE COMPLEXE |                      |  |                       |
| <b>4 DÉCLARATION DE PRIORITÉ OU REQUÊTE DU BÉNÉFICE DE LA DATE DE DÉPÔT D'UNE DEMANDE ANTÉRIEURE FRANÇAISE</b>  |                      | Pays ou organisation<br>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°<br>Pays ou organisation<br>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°<br>Pays ou organisation<br>Date <input type="text"/> / <input type="text"/> / <input type="text"/> N°<br><input type="checkbox"/> S'il y a d'autres priorités, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite» |                       |
| <b>5 DEMANDEUR</b>  |                      | <input type="checkbox"/> S'il y a d'autres demandeurs, cochez la case et utilisez l'imprimé «Suite»  |                       |
| Nom ou dénomination sociale   |                      | INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE   |                       |
| Prénoms   |                      |  |                       |
| Forme juridique   |                      | Organisme Professionnel  |                       |
| N° SIREN  |                      |  |                       |
| Code APE-NAF  |                      |  |                       |
| Adresse   | Rue                  | 1 & 4 avenue de Bois Préau   |                       |
|   | Code postal et ville | 92852  | Rueil-Malmaison cedex |
| Pays  |                      | France   |                       |
| Nationalité   |                      | Française  |                       |
| N° de téléphone (facultatif)  |                      | 01 47 52 60 00   |                       |
| N° de télécopie (facultatif)  |                      | 01 47 52 70 03   |                       |
| Adresse électronique (facultatif)   |                      |  |                       |

|  |                      |                  |  |                       |  |
|--|----------------------|------------------|--|-----------------------|--|
| REMISE DES PIÈCES<br>DATE <b>16 JAN 2002</b><br>LIEU <b>75 INPI PARIS</b><br>N° D'ENREGISTREMENT <b>0200466</b><br>NATIONAL ATTRIBUÉ PAR L'INPI                            |                      | Réservé à l'INPI |  | DB 540 W / 190600     |  |
| Vos références pour ce dossier :<br>(facultatif)   |                      |                  | JC/CLN   |                       |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>MANDATAIRE</b>  |                      |                  |  |                       |  |
| Nom  |                      |                  | ELMALEH  |                       |  |
| Prénom   |                      |                  | Alfred   |                       |  |
| Cabinet ou Société   |                      |                  | INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE   |                       |  |
| N° de pouvoir permanent et/ou<br>de lien contractuel   |                      |                  |  |                       |  |
| Adresse  | Rue                  |                  | 1 & 4 avenue de Bois Préau   |                       |  |
|  | Code postal et ville |                  | 92852  | Rueil-Malmaison cedex |  |
| N° de téléphone (facultatif)   |                      |                  | 01 47 52 60 00   |                       |  |
| N° de télécopie (facultatif)   |                      |                  | 01 47 52 70 03   |                       |  |
| Adresse électronique (facultatif)  |                      |                  |  |                       |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>INVENTEUR (S)</b>   |                      |                  |  |                       |  |
| Les inventeurs sont les demandeurs   |                      |                  | <input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non Dans ce cas fournir une désignation d'inventeur(s) séparée   |                       |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>RAPPORT DE RECHERCHE</b>  |                      |                  | Uniquement pour une demande de brevet (y compris division et transformation)   |                       |  |
| Établissement immédiat<br>ou établissement différé   |                      |                  | <input checked="" type="checkbox"/><br><input type="checkbox"/>  |                       |  |
| Paiement échelonné de la redevance   |                      |                  | Paiement en deux versements, uniquement pour les personnes physiques<br><input type="checkbox"/> Oui<br><input checked="" type="checkbox"/> Non  |                       |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>RÉDUCTION DU TAUX<br/>DES REDEVANCES</b>  |                      |                  | Uniquement pour les personnes physiques<br><input type="checkbox"/> Requête pour la première fois pour cette invention (joindre un avis de non-imposition)<br><input type="checkbox"/> Requête antérieurement à ce dépôt (joindre une copie de la décision d'admission pour cette invention ou indiquer sa référence): |                       |  |
| Si vous avez utilisé l'imprimé «Suite»,<br>indiquez le nombre de pages jointes   |                      |                  |  |                       |  |
| <input checked="" type="checkbox"/> <b>SIGNATURE DU DEMANDEUR<br/>OU DU MANDATAIRE</b><br>(Nom et qualité du signataire)<br>Alfred ELMALEH,<br>Chef du Département Brevets |                      |                  | <b>VISA DE LA PRÉFECTURE<br/>OU DE L'INPI</b><br>    |                       |  |

5

L'invention a pour objet une méthode de détection et de suivi par résonance magnétique nucléaire de la cinétique de floculation des fractions de masse moléculaire élevée d'un fluide complexe.

- 10 La méthode selon l'invention a notamment pour application de suivre la cinétique de floculation des fractions polaires généralement asphalténiques, qui sont contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide.

Les processus de floculation et de dépôt posent des problèmes considérables dans l'industrie pétrolière. En particulier pour les huiles lourdes, les composants de masse  
15 molaire très élevées (asphaltènes, résines) sont souvent à l'origine de ces processus qui peuvent apparaître aussi bien en milieux poreux lors de la production que lors de leur transport. La floculation est la formation d'agrégats moléculaires de taille micronique entraînant une sédimentation ou un dépôt pouvant modifier considérablement l'écoulement du fluide, soit par réduction de la section d'écoulement, soit par augmentation de la  
20 viscosité. De plus, la charge intrinsèque de certains composants (par ex. asphaltènes) génèrent une forte tendance à s'attacher aux surfaces chargées.

Les paramètres thermodynamiques qui gouvernent les processus de floculation sont nombreux (composition, pression, température) et la complexité des structures moléculaires mises en jeu rendent la prédiction et la modélisation très incertaine. De  
25 même, certains processus de récupération (injection de CO<sub>2</sub>, acidification) peuvent modifier les équilibres de fluides et provoquer ces processus. Ainsi, il est nécessaire d'effectuer des mesures mais les techniques disponibles ne permettent pas d'observer les

premiers stades de la floculation et posent des problèmes de mise en œuvre importants en pression et température ou in situ dans les puits pétroliers.

### Etat de la technique

5 De nombreux bruts pétroliers, notamment ceux dénommés bruts pétroliers asphalténiques, sont des fluides hydrocarbonés liquides qui renferment des quantités plus ou moins importantes de fractions lourdes à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans les conditions de pression et de température auxquelles sont soumis lesdits fluides. Lorsque ces conditions de pression et/ou de température varient, notamment lorsque la pression  
10 diminue, les fractions lourdes contenues dans ces fluides ont tendance à floculer et à se déposer dans la formation aux abords des puits, dans les puits et dans les installations de production et de transfert desdits fluides. Ainsi, quand on exploite un gisement d'hydrocarbures renfermant des fractions lourdes et généralement avant d'atteindre le point de bulle, la stabilité de ces fractions diminue. Lorsque le seuil de saturation est atteint les  
15 fractions lourdes floculent et se déposent, ce qui peut provoquer le colmatage des milieux poreux ainsi que la formation de bouchons susceptibles d'occasionner des dommages sévères aux puits de production et aux installations de surface.

Pour les producteurs de pétrole, qui ont à extraire et à acheminer, par des puits de production et des réseaux de conduites, des fluides hydrocarbonés liquides consistant en  
20 bruts pétroliers renfermant des fractions lourdes, par exemple bruts pétroliers asphalténiques, issus de champs de production, il est donc important d'avoir une connaissance précise des seuils de pression en deçà desquels les fractions lourdes se déposent, de manière à mettre en œuvre la production et le transfert desdits fluides dans des conditions de pression et de température évitant les dépôts de fractions lourdes dans les  
25 installations ou à prévoir un traitement approprié.

On connaît diverses méthodes pour la détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues dans des fluides hydrocarbonés liquides consistant en bruts pétroliers. Ces méthodes sont le plus souvent des méthodes optiques par transmission ou diffusion de la lumière, des méthodes conductimétriques ou encore des  
30 méthodes viscosimétriques.

Une méthode connue dit test de la tache, consiste à déposer un peu de mélange sur un papier filtre, et à observer la tache qui se forme. Les agrégats de floculation qui se forment dans un mélange diffusent moins vite que le liquide environnant. Ainsi, si la tache n'est pas uniforme, c'est l'indice qu'elle contient des particules floculantes.

- 5 Les méthodes précitées font appel à la détection de la variation d'une grandeur physique, par exemple coefficient d'absorption ou absorbance des rayons lumineux dans le domaine du visible ou dans l'infrarouge, conductivité électrique ou encore viscosité, qui résulte du changement de structure du fluide par suite de la floculation et du dépôt des fractions lourdes.
- 10 Un inconvénient majeur de telles méthodes est qu'elles ne sont pas très sélectives en ce sens qu'il n'est pas toujours aisé de relier la variation de la grandeur physique mesurée à la floculation et au dépôt des fractions lourdes et qu'elles ne sont pas toujours sensibles au dépôt d'une faible quantité de telles fractions. Certaines méthodes, comme la mesure de l'absorbance dans l'infrarouge, sont très sensibles, mais difficiles à mettre en oeuvre dans
- 15 les conditions de gisement.

En outre, comme ces méthodes sont souvent mises en oeuvre en laboratoire, se pose également la question de la représentativité des échantillons, sur lesquels les mesures de la grandeur physique sont réalisées. En effet, pour qu'un échantillon soit représentatif du fluide échantillonné, il est nécessaire de maintenir cet échantillon dans les conditions de

- 20 pression et de température prévalant pour le fluide échantillonné, par exemple fluide de gisement, tout au long des opérations d'échantillonnage, de transport et de stockage de l'échantillon qui précèdent la mesure.

Par le brevet FR 00/16.831 du demandeur, on connaît une méthode de détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes, qui sont contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide. L'invention propose une méthode de

- 25 détermination du seuil de dépôt des fractions lourdes, notamment asphaltènes, contenues à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable dans un fluide hydrocarboné liquide, qui s'appuie sur la formation d'une chute de pression de plus en plus importante liée à l'écoulement, à débit croissant, d'un échantillon du fluide à travers un passage capillaire.
- 30 L'échantillon de fluide étant à l'état dissous et/ou à l'état colloïdal stable, à l'entrée d'un passage capillaire on génère une chute de pression entre entrée et sortie au moins égale à la

différence entre la pression de l'échantillon de fluide et la pression de bulle dudit échantillon. On détecte un infléchissement significatif de la variation en fonction du temps de  $\Delta P$  (différence entre la pression du fluide à l'entrée du capillaire et la pression à sa sortie) et d'une grandeur  $D$  représentative du débit de liquide s'écoulant par le passage capillaire, ce qui permet de caractériser le seuil de dépôt des fractions lourdes du fluide.

Par ailleurs, on sait que les appareils à résonance magnétique nucléaire (RMN) peuvent être utilisés notamment pour mesurer certaines caractéristiques physiques de mélanges de fluides tels que les hydrocarbures, notamment la viscosité ou leur rapport gaz-liquide ou GOR. La viscosité du mélange et son coefficient GOR sont obtenus à partir de la mesure RMN d'un coefficient de diffusion  $D$  et de la mesure de temps de relaxation longitudinal  $T_1$ , ou transversal  $T_2$ . Une telle application est décrite par exemple dans les brevets WO 0142817 ou US 5696448 ou dans le document suivant :

Prammer, M.G. et al, (2001) ; "the Dowhole NMR Fluid Analyser" ; SPWLA 42<sup>nd</sup> Annual Logging Symposium.

On note que ces mesures sont en général effectuées dans un intervalle de temps après l'excitation qui se révèle impropre à la détection et l'interprétation des phénomènes de floculation.

### **La méthode selon l'invention**

La méthode selon l'invention permet de détecter et suivre par résonance magnétique nucléaire, la cinétique de floculation des fractions solides de masse moléculaire élevée d'un fluide complexe. Elle comporte l'application au fluide d'un premier champ magnétique statique  $B_0$  de polarisation puis d'au moins un deuxième champ magnétique impulsionnel oscillant  $B_1$  perpendiculaire au premier créé par des bobinages relié à un générateur d'excitation oscillant à la fréquence de Larmor des noyaux considérés et l'acquisition des signaux de relaxation des noyaux dans le fluide.

La méthode est caractérisée en ce qu'elle comporte la détection sur les signaux de relaxation, d'une première partie représentative de la relaxation des dites fractions solides dans le fluide et d'une deuxième partie représentative de la relaxation de la fraction liquide du fluide, et la détermination du taux de floculation des dites fractions par comparaison des

valeurs  $M_x(t = 0)$  et  $M_{xl}(t = 0)$  extrapolées à l'origine des temps d'acquisition, des dites première et deuxième parties.

On détermine par exemple le taux de floculation  $T_f$  par la relation :

$$T_f = [M_x(t = 0) - M_{xl}(t = 0)] / M_x(t = 0)$$

- 5 La méthode utilise de préférence une séquence dite d'échos pseudosolides comportant la succession de deux impulsions à  $90^\circ$ , intercalé d'une impulsion à  $180^\circ$  avec des intervalles de temps  $\tau/2$  entre les différentes impulsions, et l'on mesure l'amplitude maximale des signaux de relaxation au voisinage du temps  $t=2\tau$  pour différents valeurs de  $\tau$  dans la séquence.
  - 10 La méthode proposée possède de nombreux avantages.
- Elle offre la possibilité de suivi en continu, utile pour l'analyse de la floculation en fonction de la composition chimique et du solvant. L'ensemble du volume est analysé. Au contraire des méthodes optiques, même les échantillons non transparents peuvent être analysés. La caractérisation de la cinétique est aisée. Il est de même facile d'évaluer le taux
- 15 d'agréats, ce qui peut conduire à l'estimation approximative de la masse moléculaire.

### Présentation sommaire des figures

- Les caractéristiques et avantages de la méthode selon l'invention, apparaîtront plus clairement à la lecture de la description ci-après d'exemple(s) non limitatif(s) de
- 20 réalisation, en se référant aux dessins annexés où :
- la Fig.1 montre la décroissance de l'aimantation transversale mesurée sur un système floculé ;
  - la Fig.2 montre les courbes de décroissance de l'aimantation transversale mesurée pour un système non floculé initialement, puis floculé ; et
  - 25 - la Fig.3 montre schématiquement un dispositif d'analyse de type RMN.



## Description détaillée

La technique d'analyse RMN consiste essentiellement on le rappelle, à appliquer à un objet à tester un premier champ magnétique statique  $B_0$  de polarisation destiné à aligner les noyaux des protons d'hydrogène initialement orientés au hasard, suivant la direction du champ puis à un deuxième champ magnétique impulsionnel oscillant à la fréquence de Larmor perpendiculaire au premier créé par des bobinages excités par un signal de commande pour réaliser une expérience de résonance magnétique nucléaire. Quand ce champ impulsionnel cesse, le retour des noyaux vers leur état initial ou relaxation, engendre des signaux électromagnétiques (échos) qui sont détectés et analysés. A partir des caractéristiques d'amplitude de ces signaux, on détermine la présence de telle ou telle substance et certains de ses paramètres physiques.

Dans le cas où l'analyse porte sur un mélange fluide, on fait passer classiquement (Fig.3) le conduit 1 où il circule (ou éventuellement le récipient qui le contient) d'abord dans l'entrefer d'un aimant permanent 2 où règne un champ  $B_0(z)$  statique polarisé suivant une direction  $z$ , puis dans un bobinage 3 relié d'une part à un générateur 4 délivrant sur commande une impulsion de courant à une fréquence dans la gamme des radiofréquences créant un champ transversal impulsionnel oscillant  $B_1(t)$  suivant une direction  $x$  perpendiculaire à la direction  $z$ , et d'autre part à un circuit 5 de détection des signaux de relaxation.

Dans le cadre de la méthode selon l'invention, l'analyse de la relaxation de l'aimantation transversale  $M_x(t)$  des protons d'un liquide considéré, observée à des temps courts, est appliquée à la fois à la détection de la floculation, à la détermination du taux de grosses structures formées en suspension dans un liquide et à la caractérisation de la cinétique gouvernant ce processus de formation.

On procède de préférence suivant une séquence dite d'écho pseudosolide. Après polarisation par le champ magnétique statique  $B_0(z)$  de l'ordre de 0,5 T par exemple, on applique au moyen des bobinages 3, un champ impulsionnel  $B_1(t)$  qui a par exemple un front de descente et un temps de désaturation du récepteur inférieur à quelques microsecondes. Une suite d'au moins deux impulsions dite  $90^\circ$  séparées d'un intervalle de temps  $\tau$  sera appliquée, avec une impulsion à  $180^\circ$  intercalée destinée à focaliser l'aimantation et ainsi à s'affranchir des hétérogénéités diamagnétiques du matériau. Les

instants d'application des impulsions sont séparés par des intervalles de temps de durée  $\tau/2$ . La séquence peut se schématiser dans le temps comme suit :

$(90^\circ)x - \tau/2 - (180^\circ)y - \tau/2 - (90^\circ)x$  - acquisition de l'écho

On détermine en analysant les échos au moyen d'un dispositif 6, leur amplitude maximale

5  $M_x(t)$  au voisinage du temps  $t=2\tau$  pour différents valeurs de  $\tau$  dans la séquence ci-dessus.

Pour un liquide où certaines fractions ont floculé, le signal de relaxation présente deux parties bien distinctes correspondant à l'apparition des grosses structures dans le liquide : une première partie P1 décroissant très rapidement sur une vingtaine de microsecondes et dont l'importance croît régulièrement avec la formation des structures floculées, et une  
10 deuxième partie P2 qui décroît très lentement sur plusieurs centaines de millisecondes et correspond à la partie liquide du fluide (Fig. 2). Les structures floculées produisent une décroissance rapide de l'aimantation car elles peuvent être considérées comme figées (quasi-solides). Elles se distinguent ainsi nettement des propriétés magnétiques du liquide environnant. Par ailleurs, les structures floculées sont également soumises au mouvement  
15 brownien généré par l'agitation thermique du liquide mais ce mouvement aléatoire est trop long pour induire un processus de relaxation magnétique. Cette approche s'applique dès que la taille moyenne des structures dépasse quelques nanomètres.

Le taux d'agrégats floculés  $T_f$  peut être obtenu en extrapolant le signal de la partie liquide P2  $M_{xl}$  au temps  $t=0$ . On peut utiliser une méthode graphique lorsque, comme dans  
20 l'exemple de la Fig.1, la distribution des points relatifs à la partie liquide du fluide analysé est sensiblement linéaire. On peut également rechercher par exemple un polynôme de degré suffisant ou si nécessaire une somme de fonctions exponentielles modélisant la distribution des points de la partie liquide P2, et en déduire la valeur extrapolée au temps  $t=0$ . A partir de cette valeur  $M_{xl}(t=0)$  et de la valeur correspondante de la première partie  
25 P1 de la distribution proche de l'origine des temps, extrapolée de même au temps  $t = 0$  soit  $M_x(t = 0)$ , on obtient le taux  $T_f$ . Par exemple, on pourra définir  $T_f$  par la relation :

$$T_f = [M_x(t = 0) - M_{xl}(t = 0)] / M_x(t = 0)$$

où  $M_{xl} = M_x(t > t_c)$ ,  $t_c$  étant le temps séparant les deux régions de décroissance de  $M_x(t)$ . On suppose implicitement que la masse totale analysé ne change pas.

La détection de la première partie P1 de la distribution de relaxation (Fig.1) suppose que l'on acquière les signaux de relaxation pratiquement dès l'origine des temps c'est-à-dire l'intérieur d'un intervalle largement inférieur à 1 ms, ce qui n'est pas le cas avec les méthodes classiques utilisant des appareils d'analyse RMN.

- 5 L'observation de la cinétique de floculation en fonction du temps est illustrée à la Figure 2 pour un liquide visqueux (100 centipoises). A  $t = 5$  jours, il n'y a pas de floculation car le signal ne présente pas de décroissance rapide. A  $t = 29$  jours, certaines structures floculées apparaissent et deviennent plus nombreuses à  $t = 36$  jours. Le temps d'acquisition d'une courbe  $M_x(t)$  étant de quelques minutes, des cinétiques plus rapides peuvent aisément être
- 10 observées.

L'appareil de mesure RMN peut être miniaturisé dans le but d'être installé dans un puits pétrolier en conjonction avec un échantillonneur de fluides d'un type connu dans toute autre installation de surface pour suivre les phénomènes de floculation. Quelles que soient les conditions d'analyse, 50 mg de substance environ suffisent dans la pratique.

## REVENDICATIONS

1) Méthode de détection et de suivi par résonance magnétique nucléaire de la cinétique de floculation des fractions solides de masse moléculaire élevée d'un fluide complexe comportant l'application au fluide d'un premier champ magnétique statique de polarisation  
 5  $B_0(z)$  puis d'au moins un deuxième champ magnétique impulsionnel oscillant  $B_1(t)$  perpendiculaire au premier créé par des bobinages (3) relié à un générateur d'excitation (4) pour réaliser la résonance magnétique nucléaire des noyaux considérés et l'acquisition des signaux de relaxation des noyaux dans le fluide, caractérisée en ce qu'elle comporte la détection sur les signaux de relaxation, d'une première partie (P1) représentative de la  
 10 relaxation des dites fractions solides dans le fluide et d'une deuxième partie (P2) représentative de la relaxation de la fraction liquide du fluide, et la détermination du taux de floculation ( $T_f$ ) des dites fractions par comparaison des valeurs ( $M_x(t=0)$  et  $M_{xl}(t=0)$ ) extrapolées à l'origine des temps d'acquisition, des dites première et deuxième parties.

2) Méthode selon la revendication 1, caractérisée en ce que en ce que l'on détermine le dit  
 15 taux de floculation par la relation :

$$T_f = (M_x(t=0) - M_{xl}(t=0)) / M_x(t=0)$$

3) Méthode selon la revendication 1 ou 2, caractérisée en ce qu'elle comporte l'application au fluide d'une séquence de deux impulsions à  $90^\circ$  dite d'échos pseudosolides dans laquelle on intercale une impulsion de focalisation de l'aimantation à  $180^\circ$ , entre deux  
 20 applications successives des impulsions à  $90^\circ$ , avec des intervalles de temps  $\tau/2$  entre les différentes impulsions, et l'on mesure l'amplitude maximale des signaux de relaxation au voisinage du temps  $t=2\tau$  pour différentes valeurs de  $\tau$  dans la séquence.

FIG.1

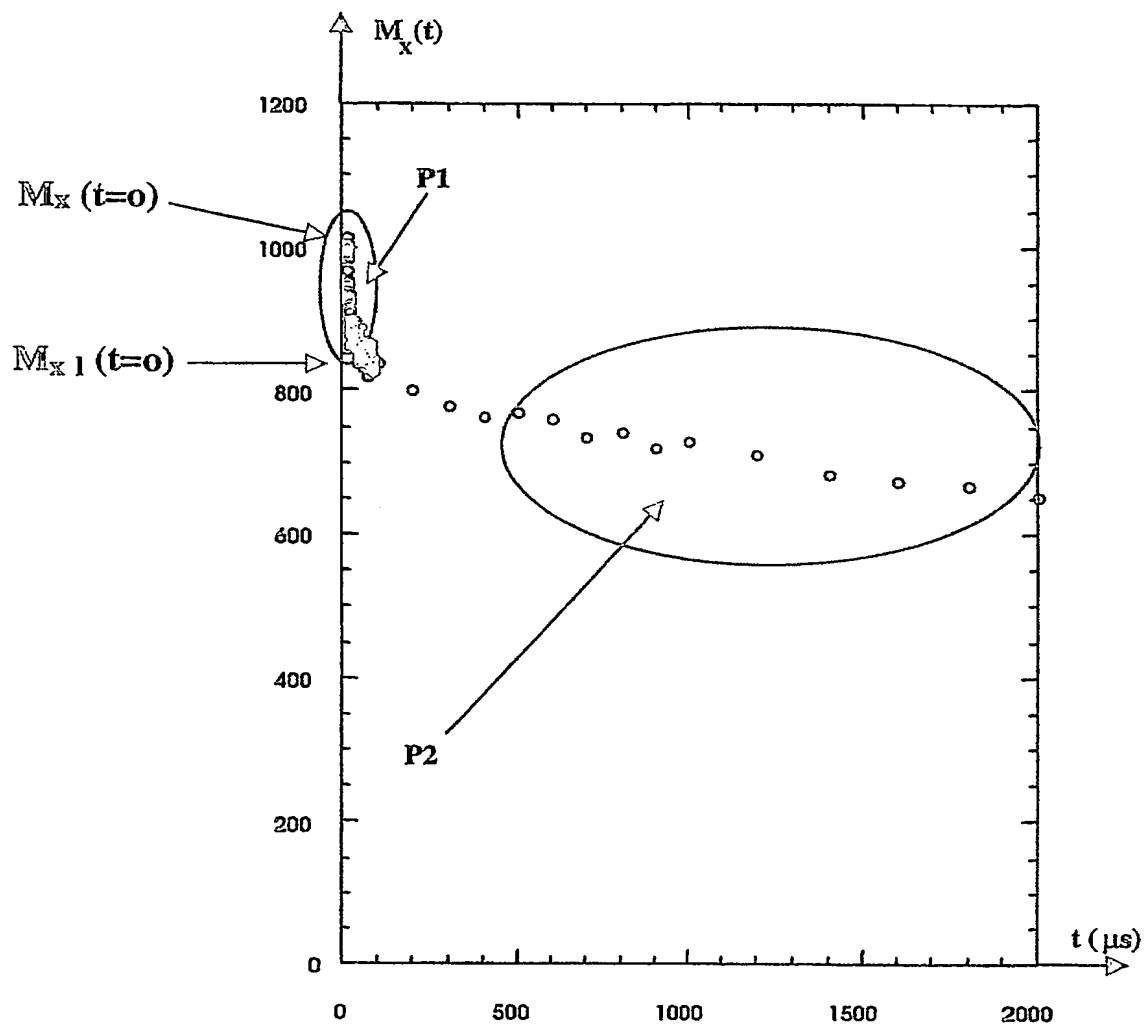


FIG.2

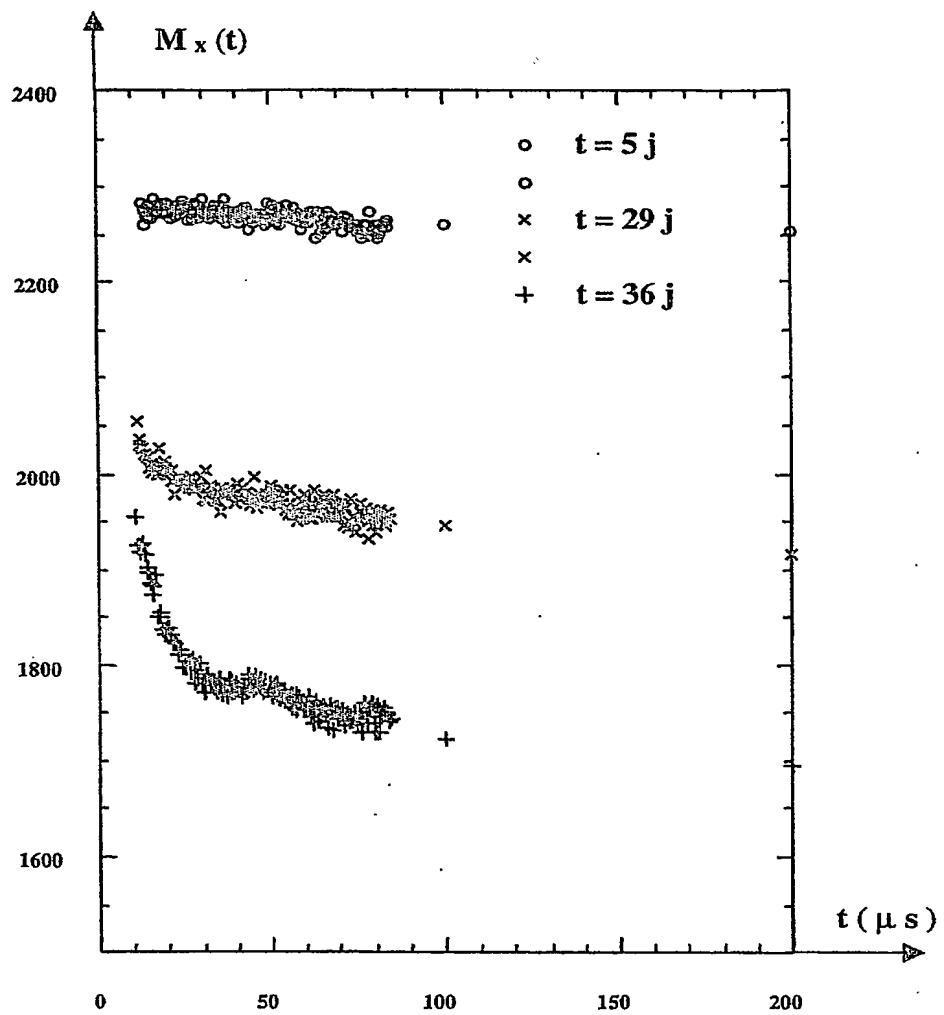
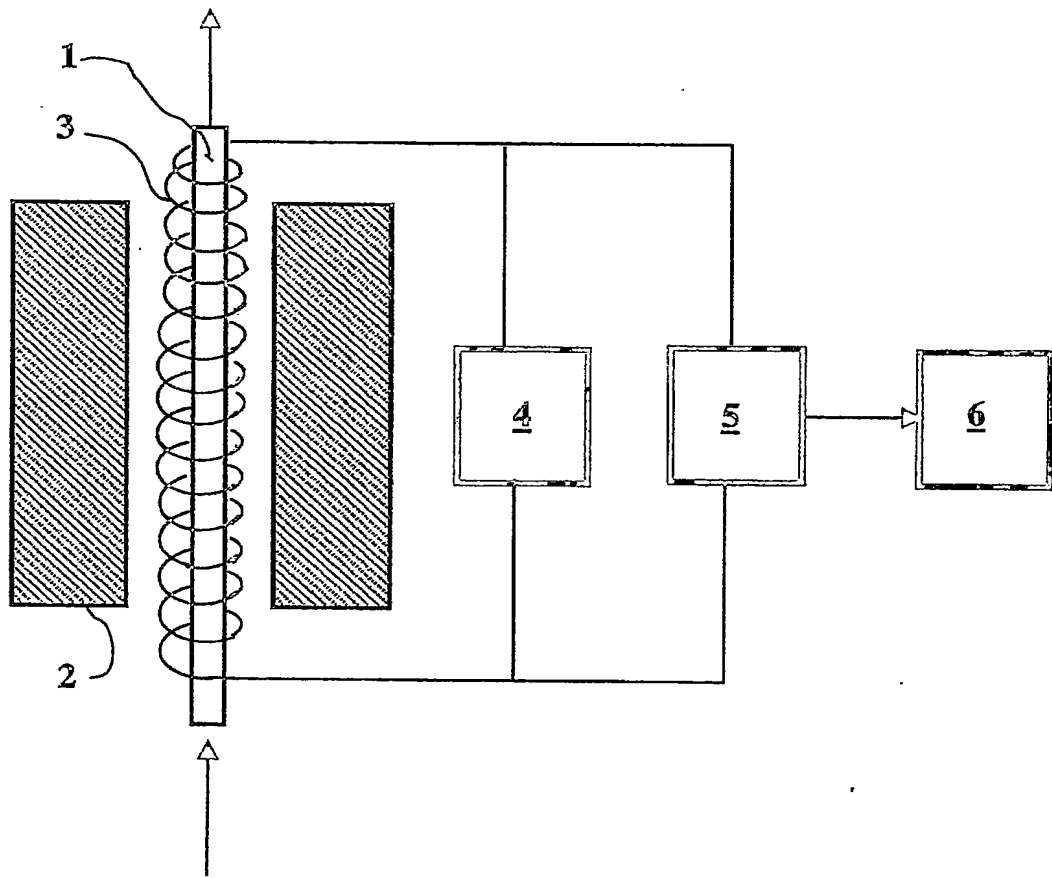


FIG.3



DÉPARTEMENT DES BREVETS

26 bis, rue de Saint Pétersbourg

75800 Paris Cedex 08

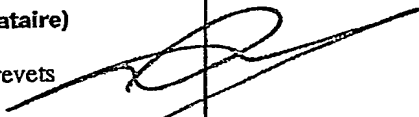
Téléphone : 01 53 04 53 04 Télécopie : 01 42 93 59 30

DÉSIGNATION D'INVENTEUR(S) Page N° 1. / 1..

(Si le demandeur n'est pas l'inventeur ou l'unique inventeur)

Cet imprimé est à remplir lisiblement à l'encre noire

DB 113 W / 260399

|   |                      |   |                      |
|---|----------------------|---|----------------------|
| Vos références pour ce dossier<br>(facultatif)  |                      | JC/CLN  |                      |
| N° D'ENREGISTREMENT NATIONAL  |                      | 0200466   |                      |
| TITRE DE L'INVENTION (200 caractères ou espaces maximum)<br>METHODE DE DETECTION ET DE SUIVI PAR RESONANCE MAGNETIQUE NUCLEAIRE DE LA CINETIQUE DE FLOCCULATION DES FRACTIONS LOURDES D'UN FLUIDE COMPLEXE          |                      |   |                      |
| LE(S) DEMANDEUR(S) :<br>INSTITUT FRANCAIS DU PETROLE  |                      |   |                      |
| DESIGNE(NT) EN TANT QU'INVENTEUR(S) : (Indiquez en haut à droite «Page N° 1/1» S'il y a plus de trois inventeurs, utilisez un formulaire identique et numérotez chaque page en indiquant le nombre total de pages). |                      |   |                      |
| Nom   |                      | COHEN-ADDAD   |                      |
| Prénoms   |                      | Jean-Pierre   |                      |
| Adresse   | Rue                  | 3, rue Docteur Bailly   |                      |
|   | Code postal et ville | 38000   | Grenoble             |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      |   |                      |
| Nom   |                      | FLEURY  |                      |
| Prénoms   |                      | Marc  |                      |
| Adresse   | Rue                  | 1 Les Geais<br>Domaine St François d'Assise   |                      |
|   | Code postal et ville | 78170   | La Celle Saint Cloud |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      |   |                      |
| Nom   |                      |   |                      |
| Prénoms   |                      |   |                      |
| Adresse   | Rue                  |   |                      |
|   | Code postal et ville |   |                      |
| Société d'appartenance (facultatif)   |                      |   |                      |
| DATE ET SIGNATURE(S)<br>DU (DES) DEMANDEUR(S)<br>OU DU MANDATAIRE<br>(Nom et qualité du signataire)<br>Alfred ELMALEH,<br>Chef du Département Brevets   |                      |  |                      |